

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-003185

(43)Date of publication of application : 06.01.1995

(51)Int.Cl.	C09C 3/10
	C08K 9/06
	C09C 1/64
	C09D 5/00
	C09D 5/38
	C09D 11/02

(21)Application number : 03-073895

(71)Applicant : ECKART WERKE STANDARD
BRONZEPULVER WERKE CARL
ECKART GMBH & CO

(22)Date of filing : 13.03.1991

(72)Inventor : REISSER WOLFGANG
SOMMER GUENTER

(30)Priority

Priority number : 90 4030727 Priority date : 28.09.1990 Priority country : DE

(54) SYNTHETIC RESIN-COATED METAL PIGMENT, ITS PRODUCTION THEREOF AND USE THEREOF

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a synthetic resin-coated pigment in a simple way, which has a relatively high level of resistance to water and chemicals, whose synthetic resin coating is well-adhered to the pigment so that it is highly sealed, and which has a strong stability and is suited for the manufacture of water-base metal coating materials.

CONSTITUTION: The synthetic resin-coated metal pigment such as aluminum pigment has a siloxane coating covalently bonded to the surface of the pigment particles, and a three dimensionally crosslinked synthetic resin coating covalently bonded to the siloxane coating. Production of the coated pigment comprises production of a silicon-organic coating on the pigment surface and then conversion of that coating into a siloxane coating by hydrolysis and condensation, followed by reaction with a low-molecular compound to form the crosslinked synthetic resin coating.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 22.08.1991

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 2135922

[Date of registration] 17.04.1998

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-3185

(43) 公開日 平成7年(1995)1月6日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 9 C 3/10	P C B			
C 0 8 K 9/06	K C Q			
C 0 9 C 1/64	P B N			
C 0 9 D 5/00	P P T			
5/38	P R F			

審査請求 有 請求項の数27 F D (全 7 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平3-73895

(74) 代理人 弁理士 山田 恒光 (外1名)

(22) 出願日 平成3年(1991)3月13日

(31) 優先権主張番号 P 4 0 3 0 7 2 7, 1

(32) 優先日 1990年9月28日

(33) 優先権主張国 ドイツ (D E)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 合成樹脂で被覆した金属顔料、該顔料の製造方法及び用途

(57) 【要約】

【目的】 水及び化学薬品に対して比較的高レベルの耐性を持ち、顔料に対する合成樹脂被覆の接着が良く、合成樹脂被覆のシール性が高く、強力な安定性を持ち水性金属被覆剤の製造に適した、合成樹脂で被覆した顔料を簡単な仕方で得る。

【構成】 アルミニウム顔料等の合成樹脂で被覆した金属顔料が、顔料粒子表面に共有結合したシロキサン被覆と、シロキサン被覆に共有結合した3次元架橋した合成樹脂被覆とを有する。被覆した顔料を製造するのは、まず、顔料表面にシリコン有機被覆を造り、その被覆を加水分解と縮合によりシロキサン被覆に変換し、更に低分子化合物と反応させることにより架橋した合成樹脂被膜を形成することにより行う。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 顔料粒子表面に共有結合したシロキサン被覆と、該シロキサン被覆に共有結合した3次元架橋した合成樹脂被覆とで構成される、合成樹脂で被覆した金属顔料。

【請求項2】 シロキサン被覆が、顔料粒子表面を覆う単分子相当の最小厚みを有する、請求項1に記載の合成樹脂で被覆した金属顔料。

【請求項3】 合成樹脂被覆を、重合、重付加又は重縮合のための少なくとも3つの官能基を有する少なくとも1つの低分子化合物から造る、請求項1に記載の合成樹脂で被覆した金属顔料。

【請求項4】 合成樹脂被覆をシロキサン被覆へ共有結合させるのを、前記少なくとも1つの低分子化合物にシロキサン分子の少なくとも1つの有機反応残渣を反応させることにより行なう、請求項3に記載の合成樹脂で被覆した金属顔料。

【請求項5】 有機反応残渣が重合、重付加又は重縮合のいずれかに反応する少なくとも1つの基を有する、請求項4に記載の合成樹脂で被覆した金属顔料。

【請求項6】 アルミニウムである、請求項1に記載の合成樹脂で被覆した金属顔料。

【請求項7】 反応してシロキサンを造り出すことができ且つ少なくとも1つの有機反応基を含むシリコン有機化合物により、顔料粒子表面を処理し、加水分解触媒を用い加水分解により水を加え更に縮合することにより顔料粒子のシリコン有機被覆をシロキサン被覆に変え、3次元架橋した合成樹脂被覆が形成される状態で、シロキサン被覆を前記反応基と反応可能な少なくとも1つの低分子化合物と反応させることを特徴とする、合成樹脂で被覆した金属顔料の製造方法。

【請求項8】 シリコン有機化合物として、顔料粒子の形状や寸法に応じた、少なくとも単分子被覆が顔料表面に形成される程度の量を用いる、請求項7に記載の合成樹脂で被覆した金属顔料の製造方法。

【請求項9】 加水分解を行なう水量を、シリコン有機被覆からシロキサン被覆への変換を完了するのに化学量論的に必要な量に少なくとも相当する量とする、請求項7に記載の合成樹脂で被覆した金属顔料の製造方法。

【請求項10】 使用する加水分解触媒がホスホン酸類又はリン酸類の化合物である、請求項7に記載の合成樹脂で被覆した金属顔料の製造方法。

【請求項11】 使用する加水分解触媒が2-カルボキシエタンホスホン酸、2-アミノエタンホスホン酸又はオクタンホスホン酸である、請求項7に記載の合成樹脂で被覆した金属顔料の製造方法。

【請求項12】 シリコン有機化合物の反応基が前記少なくとも1つの低分子化合物と反応して重合、重付加、重縮合のいずれかにより合成樹脂被覆を形成する、請求項7に記載の合成樹脂で被覆した金属顔料の製造方法。

2

【請求項13】 重合、重付加、重縮合のいずれかのための少なくとも3つの官能基を有する低分子化合物をシリコン有機化合物の反応基との反応に用いる、請求項7に記載の合成樹脂で被覆した金属顔料の製造方法。

【請求項14】 低分子化合物が少なくとも3つのエチレン二重結合を有する、請求項13に記載の合成樹脂で被覆した金属顔料の製造方法。

【請求項15】 エチレン二重結合をアクリル基及びメタアクリル基の少なくとも1つによって形成する、請求項14に記載の合成樹脂で被覆した金属顔料の製造方法。

【請求項16】 エチレン二重結合をアリル基で形成する、請求項14に記載の合成樹脂で被覆した金属顔料の製造方法。

【請求項17】 使用するシリコン有機化合物が式 $R_{4-n}SiX_n$ (但し、 n は2又は3、 R は反応基を有する有機残渣、 X は加水分解可能な置換基を表す) で表される、請求項7に記載の合成樹脂で被覆した金属顔料の製造方法。

20 【請求項18】 X が、代わりに、加水分解可能な基である、請求項17に記載の合成樹脂で被覆した金属顔料の製造方法。

【請求項19】 有機残渣 R が、エチレン二重結合、アミノ基、メルカプト基、エポキシ基、ヒドロキシル基、及びイソシアネート基のうち少なくとも1つを含む、請求項17に記載の合成樹脂で被覆した金属顔料の製造方法。

30 【請求項20】 有機残渣がアクリル基及びメタアクリル基の少なくとも1つを含む、請求項19に記載の合成樹脂で被覆した金属顔料の製造方法。

【請求項21】 X が、 Cl —、 CH_3O —、 C_2H_5O —、 CH_3COO —、 $CH_3O(C_2H_4O)_2$ —及び $CH_3OC_2H_4O$ —のいずれかである、請求項17に記載の合成樹脂で被覆した金属顔料の製造方法。

【請求項22】 低分子化合物が、トリメチロールプロパン・トリメタクリレート、トリメチロールプロパン・トリアクリレート、テトラメチロールメタン・トリアクリレート、テトラメチロールメタンテトラアクリレート、又はポリアリルグリシデニルエーテルである、請求項14に記載の合成樹脂で被覆した金属顔料の製造方法。

【請求項23】 請求項1に記載の金属顔料を含む水性被覆組成物。

【請求項24】 請求項1に記載の金属顔料を含む水性インク組成物。

【請求項25】 請求項1に記載の金属顔料を含む静電ラッカー塗り用液体ラッカー。

【請求項26】 請求項1に記載の金属顔料を含む静電ラッカー塗り用粉末ラッカー。

50 【請求項27】 請求項1に記載の金属顔料を彩色用に

含むプラスチック材料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は合成樹脂で被覆した金属顔料、その製造方法及び用途に関する。

【0002】

【従来の技術】水性ペイント及び水性印刷インクは、環境保護の観点が強調される昨今、着実に重要性を帯びるようになってきている。水性ペイント及び水性インクは、反応表面を有する金属顔料を全く又はほんの限られた程度しか使用できないが、それは表面が経時的に化学変化して光沢等の金属顔料粒子の視覚的特性に悪影響を及ぼすことになりがちだからである。これは、酸又はアルカリ性媒体中等で水に接触して水素を形成するアルミニウム顔料の場合に特に当てはまる。ところが、アルカリ性の水性被覆組成物中には含まれる金属顔料粒子に対してアルカリ環境を与えがちである。

【0003】アルミニウムをベースにした顔料等の金属顔料表面を安定化して化学薬品や水に対する耐食性をもたせることにより、結合剤を含む水性のペイント、ラッカー及びインクに金属顔料を使えるようにするため、従来多くの提案がなされている。それらの基本は、顔料表面に腐食防止剤を吸着させて水との反応を抑えることで、腐食防止剤としては特殊なホウ酸塩、リン酸塩、バナジン酸塩、有機ホスホン化合物（エステル）、及び例えばダイマー酸等のモノマー又はポリマー（オリゴマー）形の脂肪酸が適当である。

【0004】しかしながら、その場合には、腐食防止剤による処理で顔料の視覚的特性がひどく損われることを全く別にしても、金属顔料を特に水性組成物の中で使うことができるような十分な不動態化が得られない。

【0005】アルミニウム顔料の有効な不動態化処理を開示しているドイツ特許公開公報第3636183号によると、顔料表面をクロム酸で処理することにより水の存在下でも高いガス安定性が得られ、金属粉末の良好な視覚的特性が維持される。従って、アルミニウム顔料をそのようにクロム酸処理するのは、貯蔵安定性を有するペイント又はラッカー、印刷インクその他の被覆剤等の高級被覆組成物の製造に適している。しかしながら、有毒のクロム酸の使用は種々の環境的問題を引起すし、顔料にクロム組成物を含むのは多くの場合好ましくない。

【0006】アルミニウム顔料の反応性レベルを下げる別の提案として、顔料を保護用の合成樹脂被覆で被覆するという案がある。化学薬品や物理的变化に対して有効な安定化を図るには顔料表面に密に且つ強く被覆をほどこす必要があり、そのような被覆はカルボキシレート基やリン酸塩基等の、顔料に親和性を持つ結合基又は吸着基により有機材料を顔料粒子に化学結合させた（これを化学吸着という）場合にのみ得られる。

【0007】それに関しては、ヨーロッパ特許公開公報第0170471号及び第0319971号がリン酸修飾型の樹脂による顔料被覆を提案している。この系統の別の提案はドイツ公開公報第3630356号に開示された2段法であり、最初に結合剤としてのエチレン不飽和カルボン酸及び／又はエチレン不飽和リン酸モノ又はジエステルで顔料を被覆してから、遊離基重合（radical polymerisation）により少なくとも3つのエチレン二重結合を備えたモノマーを加えることによって3次元構造の合成被覆を形成する。カルボキシレート基及び／又はリン酸塩基により樹脂を顔料表面にほどこすという被覆方法は十分なガス安定性を有するアルミニウム顔料をもたらす多用途に有益ではあるものの、アルカリ性である場合が多い水性ペイント又はラッカーという用途ではガス安定性が不十分である。何故なら、そのような場合、カルボキシレート又はリン酸吸着基が加水分解に関し十分な安定性を持たず、比較的短い貯蔵時間で合成樹脂被覆の少なくとも一部が顔料表面から剥がれるからである。

【0008】アメリカ特許第4213886号は、アルキルアクリレート又はアルキルメタクリレートをもとにした外側被覆をなすアクリレート樹脂を、シラン基により顔料表面に結合させることからなる、合成樹脂で被覆したアルミニウム顔料の製造を開示している。この場合、最初にエチレン不飽和のシランを顔料に吸着させ、次いでシランの二重結合をアクリルモノマーで遊離基重合してアクリル被覆とする。しかし、そのように製造された顔料でも、十分な貯蔵安定性を有する水性ペイント又は印刷インク用に使うことができない。顔料に合成樹脂被覆をほどこすのをシラン処理で行なうと十分な結果が得られないということを別にしても、アクリル被覆構造は水や化学薬品に対する抗浸透性が不十分であるという欠点を持つ。上記アメリカ特許明細書は確かに、加水分解可能な基がシランのシリコン原子に接続すること及びシランの加水分解とシラン溶液のpH値とは関係があることを開示しているが、加水分解の特定の性能について明確に示していない。

【0009】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、水及び化学薬品に対して比較的高レベルの耐性を持つ、合成樹脂で被覆した金属顔料を提供することである。

【0010】本発明の別の目的は、金属顔料表面と合成樹脂被覆との間の結合をシリコン有機化合物によりもたらす、合成樹脂で被覆した金属顔料を提供することにある。

【0011】本発明の更に別の目的は、顔料に対する合成樹脂被覆の接着を良くし、合成樹脂被覆のシール性を高め、強力な安定性を持つ水性金属被覆剤の製造に適した、合成樹脂で被覆した金属顔料を提供することにある。

5

【0012】本発明の更に又別の目的は、合成樹脂被覆を簡単な仕方で顔料粒子に良好にほどこし得る、合成樹脂で被覆した金属顔料の製造方法を提供することにある。

【0013】

【課題を解決するための手段】本発明の原理によれば、上記その他の目的は、顔料粒子表面に共有結合したシロキサン被覆と、該シロキサン被覆に共有結合した3次元架橋した合成樹脂被覆とで構成される、合成樹脂で被覆した金属顔料によって達成される。

【0014】本発明の別の観点によれば、上記その他の目的は、反応してシロキサンを造り出すことができ且つ少なくとも1つの有機反応基を含むシリコン有機化合物により顔料粒子表面を処理し、加水分解触媒を用い加水分解により水を加え更に縮合することにより顔料のシリコン有機被覆をシロキサン被覆に変え、3次元架橋した合成樹脂被覆が形成される条件で、シロキサン被覆を前記反応基と反応可能な少なくとも1つの低分子化合物と反応させることを特徴とする、合成樹脂で被覆した金属顔料の製造方法によって達成される。

【0015】合成樹脂被覆を顔料粒子に特に良好に接着させるには、第1段階で使われ顔料表面に吸着されるシラン化合物に加水分解と縮合を可能な限り定量的に行なうのが良いと判明している。従って、シランからシロキサンへの変換はその種の変換が完全に行われるのに化学量論的に必要な量に少なくとも対応する水量で行うのが好ましい。使用する加水分解触媒は、ホスホン酸類及びリン酸類からなる群から選択された、例えば2-カルボキシエタンホスホン酸、2-アミノエタンホスホン酸、オクタンホスホン酸等の化合物が好ましい。これには副次的な利点があつて、リン酸やホスホン酸は、触媒として働くばかりでなく、シロキサン被覆が瑕疵を持つ場合にアルミニウム表面を補足的に安定化させる役目を果たす。しかしながら、使用する加水分解触媒が酢酸、トリエチルアミン等の酸や塩基であつてもよい。

【0016】本発明の方法に加水分解触媒を使用する点についてであるが、顔料表面の被覆に使われるシリコン有機化合物がシロキサン被覆への変換に関して加水分解触媒として有効な基を有する場合には触媒を別個に加える必要はない。例えば、アミノ官能基シランと水を用いる場合、シロキサンへの自触媒変換が起きる。

6

【0017】製造される金属顔料に関してであるが、好ましくは、金属粒子の被覆に使われるシリコン有機化合物の量は少なくとも単分子層が粒子上に形成される程度の量である。それには金属粒子のサイズと形状を考慮に入れるべきであり、形状は概して鱗片状又はフレーク状である。

【0018】シリコン有機化合物としては次のようなものを挙げることができるが、これらに限定されるものではない。

10 【0019】3-アミノプロピルトリメトキシシラン、N-メチル-3-アミノプロピルトリメトキシシラン、3-アミノプロピルトリエトキシシラン、3-アミノプロピルトリス(2-メトキシエポキシシラン)、N-アミノエチル-3-アミノプロピルトリメトキシシラン、3-メタクリルオキシプロピルトリメトキシシラン、3-アクリルオキシプロピルトリメトキシシラン、3-グリシジルオキシプロピルトリメトキシシラン、3-メルカプトプロピルトリメトキシシラン、3-メルカプトプロピルトリエトキシシラン、3-メルカプトプロピル-メチルジメトキシシラン、ビニルトリクロシラン、ビニルトリメトキシシラン、ビニルトリエトキシシラン及びビニルトリス(2-メトキシエトキシ)シラン。これらのシラン類は単体でも組合せても使用できる。

【0020】本発明に用いるシリコン有機化合物及びそれから加水分解及び縮合により造られるシロキサンは、3次元架橋した合成樹脂被覆が形成される条件下で、3次元反応基を有するいわゆる架橋剤(cross-linker)として働く低分子化合物と反応し得る反応基を有する。それは、結合剤又は一種の下塗剤として働くシロキサン被覆への合成樹脂被覆の共有結合を含む。好適特徴によれば、シロキサン被覆と反応し得る低分子化合物は、重合、重縮合、重付加に関する少なくとも3つの官能基を有するものである。それらは、例えばアリル基で起きるエチレン二重結合であるのが好ましい。

【0021】次表は本発明の原理で用いることのできる、シリコン有機化合物の有機残渣の反応基と、シロキサン被覆と反応する低分子化合物の官能基又は架橋剤との組合せ例を示すものである。

40 【0022】

【式1】

7
シリコン有機化合物の有機残渣上の反応基

8
低分子化合物の官能基

アミノ

エポキシ

アクリル、メタクリル、ビニル

メルカプト

エポキシ、イソシアン酸塩、

フェノール

アミン

アクリル、メタクリル、

ビニル、アリル

オレフィン、イソシアン酸塩、

エポキシ

【0023】本発明で用いるのが好ましい低分子化合物又は架橋剤としては次のものが挙げられる。

【0024】トリメチロールプロパントリメタクリレート、トリメチロールプロパントリアクリレート、テトラメチロールメタントリアクリレート、テトラメチロールメタンテトラアクリレート、オリゴマーのポリアリルグリシデニルエーテル。

【0025】好ましくは、水及び化学薬品に対して特に高度の安定性を有するアルミニウム顔料は、最初に顔料粒子をアクリル、メタクリル又はビニル官能基シロキサン層で被覆し、次いでラジカルスタータ（radical starter）及び少なくとも3つの反応性アクリル、メタクリル、ビニル又はアリル基を含む化合物を加えることにより遊離基重合で合成樹脂被覆を備える。それに関連して、シロキサン被覆の反応基の性質と数に応じて、架橋もその中に延びても良い。

【0026】本発明に用いることができるラジカルスタータは、そうした目的に公知である例えば2，2-アゾビス（2-メチルプロパンニトリル）等の過酸化物及びアゾ化合物である。

【作用】

【0027】本発明により被覆されるアルミニウム顔料の、水及び化学薬品に対する耐性に関して実際の状況に近い状況で安定性をチェックするのに用いる試験は「煮沸試験」（boiling test）として公知のものである。その試験では、1.5gのアルミニウムペーストを10gのブチルグリコールに予め分散させ、次いで、150gの沸騰水を含むガス密閉可能な装置に注入する。安定化レベルの測定として、アルミニウム顔料と水との反応で400mlの水素が造り出される時間を測定した。従来のアルミニウム顔料、即ち安定化していないアルミニウム顔料では数分で完了したが、本発明による被覆した顔料では沸騰試験時間が10時間以上になる。

【0028】本発明の顔料の樹脂被覆と他の合成樹脂とは相性が良いので、又、それら樹脂被覆は電気絶縁特性を有しているので、本発明の顔料はプラスチック材料の着色にも非常に適しており、又、静電ラッカー塗り用の液体又は粉末ラッカーでの使用も好適である。顔料がベ

ースト状であって粉末ラッカーや粉末ペイントの製造に使われる場合には、ペーストに含まれる有機溶媒又は水を初めに乾燥により取除かねばならない。

【0029】

【実施例】本発明の更なる目的、特徴及び利点は以下で述べる本発明の実施例により更に明かとなるであろう。

【0030】実施例1

金属含量が65%、平均粒子サイズが18μmのアルミニウム顔料ペースト〔エッカルトベルケ（Eckart-Werke）社のスターパメタルックス8154（Stapa Metallux 8154）として知られる〕190gを600gのテストベンジン（白色スピリット）中に分散させて120℃に加熱する。テストベンジン10g中3.8gの3-メタクリルオキシプロピルトリメチルオキシランを最初に加え、次いでミネラルスピリット10g中0.15gのビニルホスホン酸、水0.15g、及び2-ブタノール2.5gを加え、120℃の温度で更に1時間攪拌を行う。そして、ミネラルスピリット10g中6gのトリメチロールプロパントリメタクリレートを加えてから、テストベンジン5g中0.2gの2-2アゾビス（2-メチルプロパンニトリル）の懸濁液を30分間にわたって導入する。次いで、120℃で更に5時間攪拌を行い、反応混合物を2時間攪拌しながら自然冷却させる。被覆した顔料をサクシオンフィルタにより反応混合物から分離し、固形分が約70%になるよう調整する。テストベンジンを加えることにより、固形分が65%の顔料ペーストを製造する。これは前記した沸騰試験では24時間以上の時間を達成する。

【0031】実施例2

実施例1で使用したアルミニウム顔料ペースト128gをテストベンジン520g中に分散させて120℃に加熱し、テストベンジン10g中2.5gの3-メタクリルオキシプロピルトリメチルオキシランを加え、更にテストベンジン10g中0.1gのオクタンホスホン酸、水0.1g及び2-ブタノール3.5gを加え、120℃で1時間攪拌を行った。次いで、テストベンジン10g中4.7gのトリメチロールプロパントリメタクリレートを加えてから、テストベンジン5g中1.0gの2-

9

2-アゾビス(2-メチルプロパンニトリル)を30分間にわたって導入する。反応混合物を更に120℃で5時間攪拌し、2時間攪拌しながら自然冷却させる。被覆した顔料をサクシオンフィルタにより反応混合物から分離し、固形分が約70%になるよう調整する。テストベンジンを加えることにより、固形分が65%の顔料ペーストを製造する。これは前記した沸騰試験では20時間以上の時間を達成する。

【0032】実施例3

実施例2で述べた仕方により、且つ0.1gのオクタンホスホン酸の替りに0.1gの2-カルボキシエタンホスホン酸を用いて、被覆したアルミニウム顔料ペーストを製造する。沸騰試験で、顔料ペーストは21時間以上の時間を達成する。

【0033】実施例4

実施例2で述べた仕方により、且つオクタンホスホン酸の替りに0.1gの2-アミノエタンホスホン酸を用いて、被覆したアルミニウム顔料ペーストを製造する。沸騰試験で、顔料ペーストは21時間以上の時間を達成する。

【0034】実施例5

実施例2で述べた仕方により、且つオクタンホスホン酸の替りに0.1gのビニルホスホン酸、トリメチロールプロパントリメタクリレートに4.7gのトリメチロールプロパントリアクリレートを用いて、被覆したアルミニウム顔料ペーストを製造する。沸騰試験で、顔料ペーストは19時間以上の時間を達成する。

【0035】実施例6

実施例1で使用したアルミニウム顔料ペースト128gをテストベンジン520g中に分散させて120℃に加

10

熱し、テストベンジン10g中2.5gの3-メタクリルオキシプロピルトリメトキシランを加え、更にテストベンジン10g中0.1gのビニルホスホン酸、水0.1g及び2-ブタノール2.5gを加え、120℃で1時間攪拌を行った。次いで、テストベンジン10g中10gのトリメチロールプロパントリメタクリレートを加えてから、テストベンジン5g中1.0gの2,2-アゾビス(2-メチルプロパンニトリル)を30分間にわたって導入する。反応混合物を更に120℃で5時間攪拌し、2時間攪拌しながら自然冷却させる。被覆した顔料をサクシオンフィルタにより反応混合物から分離し、固形分が約70%になるよう調整する。テストベンジンを加えることにより、固形分が65%の顔料ペーストが造られ、それは沸騰試験時間が20時間以上である。

【0036】実施例7

実施例6に記載の方法を用い、10gのトリメチロールプロパントリメタクリレートの替りに10gの市販のポリアリルグリシデニルエーテル(モサント(Mosanto)社のXI 100)で被覆アルミニウムpigメントペーストを製造した。顔料ペーストは沸騰試験で10時間以上を記録した。

【0037】

【発明の効果】本発明によれば、水及び化学薬品に対して比較的高レベルの耐性を持つ、顔料に対する合成樹脂被覆の接着が良い、合成樹脂被覆のシール性が高い、強力な安定性を持ち水性金属被覆剤の製造に適している、合成樹脂被覆を簡単な仕方では顔料粒子に良好にほどこし得る、等の優れた効果を発揮する。

【手続補正書】

【提出日】平成3年8月22日

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】特許請求の範囲

【補正方法】変更

【補正内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】 顔料粒子表面に共有結合したシロキサン被覆と、該シロキサン被覆に共有結合した3次元架橋した合成樹脂被覆とで構成される、合成樹脂で被覆した金属顔料。

【請求項2】 シロキサン被覆が、顔料粒子表面を覆う単分子相当の最小厚みを有する、請求項1に記載の合成樹脂で被覆した金属顔料。

【請求項3】 合成樹脂被覆を、重合、重付加又は重縮合のための少なくとも3つの官能基を有する少なくとも1つの低分子化合物から造る、請求項1に記載の合成樹脂

脂で被覆した金属顔料。

【請求項4】 合成樹脂被覆をシロキサン被覆へ共有結合させるのを、前記少なくとも1つの低分子化合物にシロキサン分子の少なくとも1つの有機反応残渣を反応させることにより行なう、請求項3に記載の合成樹脂で被覆した金属顔料。

【請求項5】 アルミニウムである、請求項1に記載の合成樹脂で被覆した金属顔料。

【請求項6】 反応してシロキサンを造り出すことができ且つ少なくとも1つの有機反応基を含むシリコン有機化合物により、顔料粒子表面を処理し、加水分解触媒を用い加水分解により水を加え更に縮合することにより顔料粒子のシリコン有機被覆をシロキサン被覆に変え、3次元架橋した合成樹脂被覆が形成される状態で、シロキサン被覆を前記反応基と反応可能な少なくとも1つの低分子化合物と反応させることを特徴とする、合成樹脂で被覆した金属顔料の製造方法。

【請求項 7】 加水分解を行なう水量を、シリコン有機被覆からシロキサン被覆への変換を完了するのに化学量論的に必要な量に少なくとも相当する量とする、請求項 6 に記載の合成樹脂で被覆した金属顔料の製造方法。

【請求項 8】 使用する加水分解触媒がホスホン酸類又はリン酸類の化合物である、請求項 6 に記載の合成樹脂で被覆した金属顔料の製造方法。

【請求項 9】 使用する加水分解触媒が 2-カルボキシエタンホスホン酸、2-アミノエタンホスホン酸又はオクタンホスホン酸である、請求項 6 に記載の合成樹脂で被覆した金属顔料の製造方法。

【請求項 10】 使用するシリコン有機化合物が式 $R_{4-n}SiX_n$ (但し、 n は 2 又は 3、 R は反応基を有する有機

機残渣、 X は加水分解可能な置換基を表す) で表される、請求項 6 に記載の合成樹脂で被覆した金属顔料の製造方法。

【請求項 11】 請求項 1 で記載の金属顔料を含む水性被覆組成物。

【請求項 12】 請求項 1 で記載の金属顔料を含む水性インク組成物。

【請求項 13】 請求項 1 で記載の金属顔料を含む静電ラッカー塗りに用液体ラッカー。

【請求項 14】 請求項 1 で記載の金属顔料を含む静電ラッカー塗りに用粉末ラッカー。

【請求項 15】 請求項 1 で記載の金属顔料を彩色用を含むプラスチック材料。

フロントページの続き

(51) Int. Cl.⁶
C 0 9 D 11/02

識別記号 庁内整理番号
P T G

F I

技術表示箇所

(71) 出願人 591070509

エッカルト-ヴェルケ シュタンダルト
ブロンツェプルファー-ヴェルケ カール
エッカルト ゲゼルシャフト ミット
ベシュレンクテル ハフツング ウント
コムパニー
ECKART-WERKE STANDA
RD BRONZEPULVER-WER
KE CARL ECKART GESE
LLSCHAFT MIT BESCHR
ANKTER HAFTUNG & CO
MPAGNIE
ドイツ国 8510 フュールト カイザーシ
ュトラーセ 30

(72) 発明者 ヴォルフガング ライサー
ドイツ国 8563 シュタイナッハ ハーネ
ンヴェーク 10

(72) 発明者 ギュンター ゾマー
ドイツ国 8560 ラオフ クニグンデンシ
ュトラーセ 33